



**PATENT APPLICATION**

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Entitled Application of

Yasuo TOMITA et al.

Application No.: 10/807,279

Filed: March 24, 2004

Docket No.: 119231

For: HOLOGRAPHIC RECORDING MATERIAL COMPOSITION  
**CLAIM FOR PRIORITY**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following foreign country is hereby requested for the above-identified patent application and the priority provided in 35 U.S.C. §119 is hereby claimed:

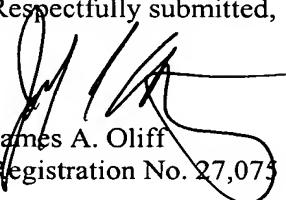
Japanese Patent Application No. 2003-335493 filed September 26, 2003

In support of this claim, a certified copy of said original foreign application:

is filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. §119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of this document.

Respectfully submitted,

  
James A. Oliff  
Registration No. 27,073

Joel S. Armstrong  
Registration No. 36,430

JAO:JSA/mxm

Date: August 17, 2004

OLIFF & BERRIDGE, PLC  
P.O. Box 19928  
Alexandria, Virginia 22320  
Telephone: (703) 836-6400

DEPOSIT ACCOUNT USE  
AUTHORIZATION  
Please grant any extension  
necessary for entry;  
Charge any fee due to our  
Deposit Account No. 15-0461

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
る事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日      2003年 9月26日  
Date of Application:

出願番号      特願2003-335493  
Application Number:  
ST. 10/C] : [JP2003-335493]

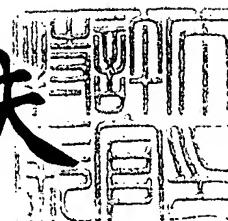
願人  
Applicant(s):  
富田 康生  
日産化学工業株式会社

CERTIFIED COPY  
PRIORITY DOCUMENT

2004年 2月 9日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願  
【整理番号】 C10958  
【特記事項】 特許法第30条第1項の規定の適用を受けようとする特許出願  
【提出日】 平成15年 9月26日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 G03H 1/02  
【発明者】  
  【住所又は居所】 神奈川県横浜市都筑区荏田南3丁目31番9号  
  【氏名】 富田 康生  
【発明者】  
  【住所又は居所】 東京都調布市小島町2丁目12番7号 あかね荘B号室  
  【氏名】 鈴木 直昭  
【特許出願人】  
  【住所又は居所】 神奈川県横浜市都筑区荏田南3丁目31番9号  
  【氏名又は名称】 富田 康生  
【特許出願人】  
  【識別番号】 000003986  
  【氏名又は名称】 日産化学工業株式会社  
  【代表者】 藤本 修一郎  
【代理人】  
  【識別番号】 100068618  
  【弁理士】  
  【氏名又は名称】 尾 経夫  
【選任した代理人】  
  【識別番号】 100093193  
  【弁理士】  
  【氏名又は名称】 中村 壽夫  
【選任した代理人】  
  【識別番号】 100104145  
  【弁理士】  
  【氏名又は名称】 宮崎 嘉夫  
【選任した代理人】  
  【識別番号】 100104385  
  【弁理士】  
  【氏名又は名称】 加藤 勉  
【手数料の表示】  
  【予納台帳番号】 018120  
  【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
  【物件名】 特許請求の範囲 1  
  【物件名】 明細書 1  
  【物件名】 図面 1  
  【物件名】 要約書 1

**【書類名】特許請求の範囲****【請求項 1】**

干渉縞のような光の明暗の強度分布を屈折率の変化として記録するのに使用される体積位相型ホログラム記録材料組成物において、(a) 重合可能な官能基を1以上有する化合物、(b) 光重合開始剤、及び(c) コロイダルシリカ粒子を含むことを特徴とするホログラム記録材料組成物。

**【請求項 2】**

前記重合可能な官能基を1以上有する化合物の屈折率が1.5以上、2.0以下である、請求項1に記載のホログラム記録材料組成物。

**【請求項 3】**

前記コロイダルシリカ粒子は、平均粒径が4nm以上、30nm以下である、請求項1又は2に記載のホログラム記録材料組成物。

**【請求項 4】**

重合状態における前記コロイダルシリカ粒子と樹脂成分の合計体積に占める前記コロイダルシリカ粒子の割合が、3体積%以上、60体積%以下である請求項1～3のいずれかに1項に記載のホログラム記録材料組成物。

**【請求項 5】**

記録層が請求項1～4のいずれか1項に記載の組成物を含むことを特徴とするホログラム記録媒体。

**【請求項 6】**

請求項1～4のいずれか1項に記載の組成物からなる記録用感光膜が透明支持体上に形成され、感光膜が保護材で覆われているホログラム記録媒体。

**【請求項 7】**

透明支持体と保護材が透明な樹脂フィルムからなる請求項6に記載のホログラム記録媒体。

【書類名】明細書

【発明の名称】ホログラム記録材料組成物及びホログラム記録媒体

【技術分野】

【0001】

本発明は、体積位相型ホログラムを記録できる新規ホログラム記録材料組成物、及びそれを記録層に用いた体積位相型ホログラム記録媒体に関する。

【背景技術】

【0002】

ホログラムは光の干渉パターンを感光材料等に屈折率あるいは吸収率のパターンとして記録したものであり、多機能を有することから光学素子、立体画像ディスプレイ、干渉計測、画像・情報の記録や処理等幅広い分野で利用されている。

従来の代表的なホログラム記録材料組成物としては、重クロム酸ゼラチン感光材料や、漂白処理した銀塩感光材料が使用されてきた。これらは高い回折効率を持つが、ホログラム作成時の処理が複雑で、特に湿式現像処理が必要であるという欠点があった。

【0003】

かかる欠点を克服する乾式のホログラム感光材料として、デュポン社のオムニデックスシリーズが市販されている。この材料はラジカル重合モノマーとバインダーポリマー、光ラジカル重合開始剤、増感色素を主成分として、ラジカル重合モノマーとバインダーポリマーの屈折率差を利用してホログラムを記録するものである。すなわち、フィルム状に形成された該感光性組成物を干渉露光すると、光が強い部分にてラジカル重合が開始され、それに伴いラジカル重合モノマーの濃度匀配ができ、光が弱い部分から強い部分にラジカル重合モノマーの拡散移動が起こる。結果として干渉光の光の強弱に応じて、ラジカル重合モノマー密度および重合したポリマーの密度の疎密ができ、それらとバインダーポリマーの屈折率の差としてホログラムが形成される。この材料系は現状報告されているホログラム用フォトポリマーとしては最も性能は良いが、 $20\text{ }\mu\text{m}$ 程度の厚みに限定されること、そして、耐熱性、透明性に問題が指摘されている。

【0004】

また、ラジカル重合とカチオン重合を併用した材料系（特許文献1参照。）や、カチオン重合を利用した材料系（特許文献2参照。）が報告されているが、これらは有機材料のみで構成されており、機械的強度、環境安定性に関し未だ不十分である。

【0005】

また、無機物質ネットワークと光重合性モノマーを併用した材料系が開示されている（特許文献3参照。）。ネットワークを形成し得る無機材料をバインダーとして用いる場合には、耐熱性、対環境性、機械強度に優れると共に、光重合成の有機モノマーとの屈折率差を大きく取れるという利点があるが、この材料系で形成したホログラム記録膜はどちらかと言えば脆くて、柔軟性や加工性、コーティング適性に劣るという問題点、及び無機バインダーと有機モノマーとの相溶性が良くないので、均一な塗工材料を調整するのが困難という問題点がある。

【0006】

また、固体マトリックスに金属超微粒子を分散した材料がホログラム記録材料として開示されている（特許文献4参照。）。しかし、この発明ではマトリックスに流動性を持たせる必要があり、固体性が悪く問題がある。

【0007】

また、有機-無機ハイブリッドポリマーと光重合反応性基を有する有機金属微粒子を用いたホログラム記録材料が開示されている（特許文献5参照。）。しかし、この発明では干渉縞を固定する為に加熱及び紫外線重合が必要となり、工業プロセスとして課題がある。

【0008】

より簡便な方法でホログラム記録を行う材料として、無機微粒子を光重合性モノマーに分散させたホログラム記録材料が開示されている（特許文献6及び非特許文献1参照。）

。しかし、この発明では用いた微粒子の粒径が大きいことと粒度分布の巾が広い為、光散乱損失が大きいという課題があった。

### 【0009】

- 【特許文献1】特開平5-107999号公報（特許請求の範囲）
- 【特許文献2】米国特許第5759721号明細書（全文）
- 【特許文献3】特開平6-019040号公報（特許請求の範囲）
- 【特許文献4】特表2000-508783号公報（特許請求の範囲）
- 【特許文献5】特開2002-236440号公報（特許請求の範囲）
- 【特許文献6】特開2003-84651号公報（特許請求の範囲）
- 【非特許文献1】「アプライド・フィジックス・レターズ（Appl. Phys. Lett.）」  
（米国），2002年，第81巻，p. 4121-4123

### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

### 【0010】

本発明の課題は、光散乱損失が低く、回折効率の高いホログラムを永続的に形成できる体積位相型ホログラム記録材料組成物を提供する事にある。

#### 【課題を解決するための手段】

### 【0011】

本発明者らは、鋭意検討した結果、シリカゾル（安定なコロイダルシリカ粒子の分散液）と光重合開始剤を重合性化合物に均一に分散させることにより、短時間の光照射で、光散乱損失が極小化された回折効率の高いホログラムを形成できる体積位相型ホログラム記録材料組成物が得られることを見出し、本発明を完成した。

### 【0012】

即ち、本発明は、干渉縞のような光の明暗の強度分布を屈折率の変化として記録するのに使用される体積位相型ホログラム記録材料組成物において、（a）重合可能な官能基を1以上有する化合物、（b）光重合開始剤、及び（c）コロイダルシリカ粒子を含むことを特徴とするホログラム記録材料組成物に関する。

### 【発明の効果】

### 【0013】

本発明によれば、コロイダルシリカ粒子を重合性モノマー中に均一分散させることによって、低光分散損失で高回折効率を有する体積位相型ホログラム記録材料組成物及び体積位相型ホログラム記録媒体を提供することができる。本組成物は多機能を有することから光学素子、立体画像ディスプレイ、干渉計測、画像・情報の記録や処理等幅広い分野での応用が可能となる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

### 【0014】

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明の体積位相型ホログラム記録材料組成物は、（a）重合可能な官能基を1つ以上有する化合物、（以下、重合性モノマー）、（b）光重合開始剤：（a）の重合を開始させる光重合開始剤、（c）コロイダルシリカ粒子からなる。

### 【0015】

本発明によれば、コロイダルシリカ粒子を重合性モノマー中に分散することにより、干渉縞の明部に当たる領域と暗部に当たる領域の屈折率差を大きくすることで、回折効率の高いホログラムが形成される体積位相型ホログラム記録材料組成物を提供することができる。

### 【0016】

次に、本発明の体積位相型ホログラム記録材料組成物を用いた記録媒体のホログラム記録方法について説明する。まず、媒体に2つの互いにコヒーレントなレーザー光を同時に照射すると媒体上に明部と暗部が縞状に並ぶ干渉縞が形成される。すると媒体の明部では重合性モノマーが重合を開始し、明部の重合性モノマー濃度が低下する。それに従い、暗

部と明部に重合性モノマーの濃度勾配が生じ、暗部から明部に重合性モノマーが移動、供給され更に重合が進む。一方、コロイダルシリカ粒子は重合性モノマーの移動に伴い明部から暗部へと移動すると考えられる。

#### 【0017】

更にある程度の時間が経つと、最終的には、暗部でも重合性モノマーの重合が進み、媒体の記録層全体が重合体となる。このようにして、重合性モノマーの重合体の中に重合性モノマーとコロイダルシリカの相対密度差の縞状分布ができる。シリカ粒子の屈折率は重合性モノマーの重合状態の屈折率と異なるので、記録層に屈折率分布ができ、ホログラムが記録される。再生時には、該ホログラムが形成された領域に再生光を照射すると、回折が起り、ホログラム像が再生される。

#### 【0018】

以下、本発明の体積位相型ホログラム記録材料組成物の構成について詳細に説明する。重合性モノマーは屈折率1.5以上2.0以下の化合物であり、例えば、エチレン性不飽和化合物を含有する。このエチレン性不飽和化合物は光重合開始剤の作用により付加重合し、場合によって架橋、硬化するようなラジカル重合性のエチレン性不飽和結合を分子内に少なくとも1つ有する化合物である。なお、本発明における感応性化合物の意味するところは、所謂高分子物質に相対する概念であって、従って、狭義の単量体（モノマー）以外に二重体、三量体、オリゴマーをも包含するものである。好ましくは、重合性モノマーの屈折率は1.6以上である。

#### 【0019】

エチレン性不飽和結合を有する官能性モノマーとしては例えは不飽和カルボン酸、脂肪族ポリヒドロキシ化合物と不飽和カルボン酸とのエステル；芳香族ポリヒドロキシ化合物と不飽和カルボン酸とのエステル；不飽和カルボン酸と多価カルボン酸および前述の脂肪族ポリヒドロキシ化合物、芳香族ポリヒドロキシ化合物等の多価ヒドロキシ化合物とのエステル化反応により得られるエステル等が挙げられる。

#### 【0020】

前記脂肪族ポリヒドロキシ化合物と不飽和カルボン酸とのエステルは限定されないが、具体例としては、エチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、トリメチロールエタントリアクリレート、ペンタエリスリトールジアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、グリセロールアクリレート等のアクリル酸エステル、これら例示化合物のアクリレートをメタクリレートにえたメタクリル酸エステル、同様にイタコネートにえたイタコン酸エステル、クロトン酸エステルもしくはマレエートにえたマイレン酸エステル等がある。

#### 【0021】

芳香族ポリヒドロキシ化合物と不飽和カルボン酸とのエステルとしては、ハイドロキノンジアクリレート、ハイドロキノンジメタクリレート、レゾルシンジアクリレート、レゾルシンジメタクリレート、ピロガロールトリアクリレート等が挙げられる。不飽和カルボン酸と多価カルボン酸及び多価ヒドロキシ化合物とのエステル化反応により得られるエステルとしては必ずしも单一物では無いが代表的な具体例を挙げれば、アクリル酸、フタル酸およびエチレングリコールの縮合物、アクリル酸、マレイン酸およびジエチレングリコールの縮合物、メタクリル酸、テレフタル酸およびペンタエリスリトールの縮合物、アクリル酸、アジピン酸、ブタンジオールおよびグリセリンの縮合物等がある。

#### 【0022】

以上のエステル系（メタ）アクリレート以外に、いわゆるウレタン系（メタ）アクリレートやエポキシ系（メタ）アクリレート等がある。前者は多価イソシアネートとヒドロキシアクリルエステル類との付加反応により、後者は多価エポキシ化合物とヒドロキシアクリルエステル類との付加反応により調製することができる。

**【0023】**

その他本発明に用いられるエチレン性不飽和化合物の例としてはエチレンビスアクリルアミド等のアクリルアミド類；フタル酸ジアリル等のアリルエステル類；ジビニルフタレート等のビニル基含有化合物などが有用である。本発明においては、エチレン性不飽和化合物の中でもアクリル酸エステルまたはメタクリル酸エステルの単量体が特に好ましい。

**【0024】**

それぞれの官能性モノマーは単独で用いても良いし、必要に応じ混合して用いてもかまわない。重合開始剤は、カチオン系の重合開始剤等もあるが、殊に光ラジカル重合開始剤であるのが望ましい。光ラジカル重合開始剤は、ホログラム作製のための第一露光用の光によって、活性ラジカルを生成する。

**【0025】**

ラジカル重合開始剤としては、重合性モノマーの重合開始剤として機能すれば物質は特に限定されないが、例えば、アゾ系化合物、アジド系化合物、有機過酸化物、オニウム塩類、ビスイミダゾール誘導体、チタノセン化合物、ヨードニウム塩類、有機チオール化合物、ハロゲン化炭化水素誘導体等が用いられる。これらのうち、チタノセン化合物が好ましい。

**【0026】**

該チタノセン化合物は、特に限定はされないが、具体的には、ジーシクロペンタジエニル-Ti-ジーコロライド、ジーシクロペンタジエニル-Ti-ビスーエニル、ジーシクロペンタジエニル-Ti-ビス-2, 3, 4, 5, 6-ペントフルオロフェニ-1-イル、ジシクロペンタジエニル-Ti-ビス-2, 3, 5, 6-テトラフルオロフェニ-1-イル、ジーシクロペンタジエニル-Ti-ビス-2, 4, 6-トリフルオロフェニ-1-イル、ジーシクロペンタジエニル-Ti-ビス-2, 6-ジフルオロフェニ-1-イル、ジーシクロペンタジエニル-Ti-ビス-2, 4-ジフルオロフェニ-1-イル、ジーメチルシクロペンタジエニル-Ti-ビス-2, 3, 4, 5, 6-ペントフルオロフェニ-1-イル、ジーメチルシクロペンタジエニル-Ti-ビス-2, 3, 5, 6-テトラフルオロフェニ-1-イル、ジーメチルシクロペンタジエニル-Ti-ビス-2, 6-ジフルオロフェニ-1-イル、ジーシクロペンタジエニル-Ti-ビス-2, 6-ジフルオロ-3-(ピル-1-イル)-フェニ-1-イル等を挙げることができる。

**【0027】**

コロイダルシリカ粒子の平均粒径は30nm以下が望ましい。あまり大きいと光散乱を起こしやすくなるためである。より好ましくは20nm以下とする。平均粒径は小さいほど好ましいが、小さいほど製造が困難であるため実際上、4nm以上に限られる。なお、コロイダルシリカの平均粒子径D (nm) は、比表面積S (m<sup>2</sup>/g) より求めた球形換算粒子径である。換算式D = 2720 / Sが一般的に使用されている。この比表面積の測定は、平均粒径8nm以上では窒素吸着法(BET法)で求め、平均粒径8nm未満ではシアーズ滴定法で求められる。

**【0028】**

また、体積位相型ホログラム記録材料組成物中の屈折率変調は概ね構成成分の体積比と屈折率の積の総和によって決定される。そこで、重合性モノマーの移動量が屈折率変調を大きくするために重要な要素であるが、組成物中に分散できるシリカ粒子の量には限界があることからあまり多いと分散しにくくなることを考慮すると、重合状態における前記シリカ粒子と樹脂成分の合計体積に占める前記シリカ粒子の割合として3体積%以上、60体積%以下が好ましく、最大の屈折率変調を与える最適値としては概ね40体積%から50体積%の範囲が好ましい。ここで、樹脂成分とは例えば重合性モノマーであるが、体積位相型ホログラム記録材料組成物がバインダー樹脂を含む場合は、重合性モノマーとバインダー樹脂を指す。

**【0029】**

コロイダルシリカ粒子は、重合性モノマーへ均一な分散をさせるため、水または有機溶媒に分散させたシリカゲルとして用いる。有機溶媒としては、メタノール、イソプロパノ

ール、ブタノール、エチレングリコール、エチレングリコールモノプロピルエーテル、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、キシレン、ジメチルアセトアミド、又はトルエン等であり、重合性モノマーに均一に分散可能なものであれば、特に限定はされない。

### 【0030】

本発明の体積位相型ホログラム記録媒体における記録層には、上記成分(a)～(c)の他、必要に応じて、増感剤、連鎖移動剤、可塑剤、着色剤等の添加剤を加えても良い。また、膜厚の均一性を持たせ、光照射での重合で形成されたホログラムを安定に存在させるためには結合材としてバインダー樹脂を加えても良い。

### 【0031】

バインダー樹脂は官能性モノマーと相溶性の良いものが好ましく、その具体例としては塩素化ポリエチレン、ポリメチルメタクリレート、メチルメタクリレートと他の(メタ)アクリル酸アルキルエステルの共重合体、塩化ビニルとアクリロニトリルの共重合体、ポリ酢酸ビニル、ポリビニルアルコール、ポリビニルホルマール、ポリビニルブチラール、ポリビニルピロリドン、エチセルロース、アセチルセルロースなどが挙げられる。

### 【0032】

本発明の体積位相型ホログラム記録材料組成物を用いて体積位相型ホログラム記録媒体を作るには重合性モノマー、光重合開始剤、コロイダルシリカを、必要に応じ、増感剤、及びバインダー樹脂とともに混合し、このまま無溶剤で透明支持体上に塗布するか、これらの混合物に溶剤または添加剤を加えて混合してもよく、これを支持体上に塗布、乾燥して記録層を形成する。続いて、記録層上に透明支持体、あるいは酸素遮断のための保護層を設けることもできる。

### 【0033】

透明支持体としては、透明なガラス板、アクリル板、ポリエチレンテレフタレートフィルム、ポリエチレンフィルムなどが用いられる。透明な樹脂フィルムとして、ポリエチレンテレフタレートフィルム、ポリエチレンフィルムなどが用いられる。塗布方法としては、直接滴下する方法に加え、従来公知の方法、例えば、回転塗布、ワイヤーバー塗布、ディップ塗布、エアナイフ塗布、ロール塗布、ブレード塗布、及びカーテン塗布等を用いることができる。

### 【0034】

保護層としては、酸素による感度低下や保存安定性の劣化等の悪影響を防止するための公知技術、例えば、水溶性ポリマー等の塗布を用いることもできる。ここでは、透明な樹脂フィルムを形成する水溶性ポリマー等を採用する。

### 【実施例】

#### 【0035】

次に実施例を挙げて本発明をより具体的に説明する。

#### 【0036】

##### 実施例1 回折効率の測定

重合性モノマー(A)(p-ビス(β-メタクリロイルオキシエチルチオ)キシリレン)3.16gにイルガキュア784(商標)(光重合開始剤)0.032gを溶解した溶液に、シリカゾル(メチルイソブチルケトン分散、30質量%)10.0gを攪拌しながら滴下し均一に分散した。

使用したシリカゾル中のコロイダルシリカ粒子の平均粒径は13nm(BET法)であった。

コロイダルシリカ粒子の屈折率は1.46、重合性モノマー(A)の重合状態における屈折率は1.59であり、両者の屈折率差は0.13であった。シリカ粒子の密度は2.1g/cm<sup>3</sup>であるから、その体積は2.73/2.1=1.30cm<sup>3</sup>である。重合性モノマー(A)の重合状態における密度は1.25g/cm<sup>3</sup>であるから、その体積は3.16/1.25=2.53cm<sup>3</sup>である。従ってコロイダルシリカ粒子と重合性モノマー(A)の重合状態の体積に占めるシリカ粒子の割合は、1.30/(1.30+2.53)

) = 0.34、即ち34体積%であった。

スライドガラスの両端部にスペーサとして厚さ $5.0\text{ }\mu\text{m}$ のポリエチレンテレフタレートフィルムを貼り、スライドガラス中央（スペーサに挟まれた領域）に上記混合物を滴下し、オープン中で $80^{\circ}\text{C}$ 、約30分間乾燥し、記録層を形成した。その後、スライドガラスをかぶせ、膜厚が約 $4.6\text{ }\mu\text{m}$ の体積位相型ホログラム記録媒体を作製した。

本記録媒体に対し、図1に示す装置によって、二光束干渉露光を行い体積位相型ホログラムの記録を試みた。媒体1に対し、波長 $532\text{ nm}$ のNd:YVO<sub>4</sub>レーザーを用いて、露光パワー密度 $100\text{ mW/cm}^2$ で二光束干渉露光を行った。Nd:YVO<sub>4</sub>レーザーから出射した光はビームエキスパンダを経てハーフミラーで2本に分割され、それぞれミラーを経て媒体1に照射され、両光の干渉縞が記録されホログラムが形成される。

同時に、媒体1が感光しない波長 $632.8\text{ nm}$ のヘリウムネオンレーザを媒体1に照射し回折光を光検出器で検出することによりホログラム形成過程をモニターし、回折効率を評価した。本サンプルの回折効率の時間による変化を表すグラフを図2に示す。回折効率は急激に増加し、約20秒で80%に達し、その後も高い回折効率が維持された。すなわち回折効率が100%に近い体積位相型ホログラムが永続的に形成されることが確認できた。

### 【0037】

実施例2（回折効率の測定）

実施例1と同様な方法で、コロイダルシリカ粒子の体積分率が43%のサンプルを作成し、回折効率を測定した。

### 【0038】

実施例3（回折効率の測定）

実施例1と同様な方法で、コロイダルシリカ粒子の体積分率が11%のサンプルを作成し、回折効率を測定した。

### 【0039】

実施例4（回折効率の測定）

実施例1と同様な方法で、コロイダルシリカ粒子の体積分率が5%のサンプルを作成し、回折効率を測定した。

### 【0040】

実施例5（散乱損失の測定）

実施例1と同様な方法で作成した、コロイダルシリカ粒子の体積分率が34%のサンプルで、平均粒径が $3.6\text{ nm}$ （BET法）のものと $1.3\text{ nm}$ （BET法）のもので、散乱損失の膜厚依存性を測定した。その結果、膜厚 $4.0\text{ }\mu\text{m}$ 程度で平均粒径 $3.6\text{ nm}$ では、光散乱は $2.2 \pm 2\%$ 見られたが、 $1.3\text{ nm}$ では $1.3 \pm 2\%$ と $1/7$ に減少した（図4参照）。

### 【0041】

比較例1

コロイダルシリカ粒子を含まない以外は実施例1と同様にして体積位相型ホログラム記録媒体を作成した。本媒体に対し、図1に示す装置によって実施例1と同様に二光束干渉露光を行い、体積位相型ホログラムの記録を行った。本サンプルの回折効率の時間による変化を表すグラフを図2に示す。回折効率は一旦向上するが時間の経過とともに下がっていき、最終的にはほとんど消えてしまう。これは官能性モノマー単一成分であるため、全体が重合すると屈折率変調が消失することに対応している。（図2、図3参照）

### 【0042】

比較例2

平均粒径 $3.6\text{ nm}$ のシリカゾル（トルエン分散、5, 11, 34質量%）およびシリカゾルを含まない試料についてサンプルを作成し、回折効率を測定した。（図3参照）

### 【図面の簡単な説明】

### 【0043】

【図1】体積位相型ホログラム記録媒体に対する二光束干渉露光の概念図である。

【図2】実施例1～4、及び比較例1における体積位相型ホログラム記録媒体の回折効率の露光時間変化を表すグラフである。

【図3】比較例1、及び比較例2における体積位相型ホログラム記録媒体の回折効率の時間による変化を表すグラフである。

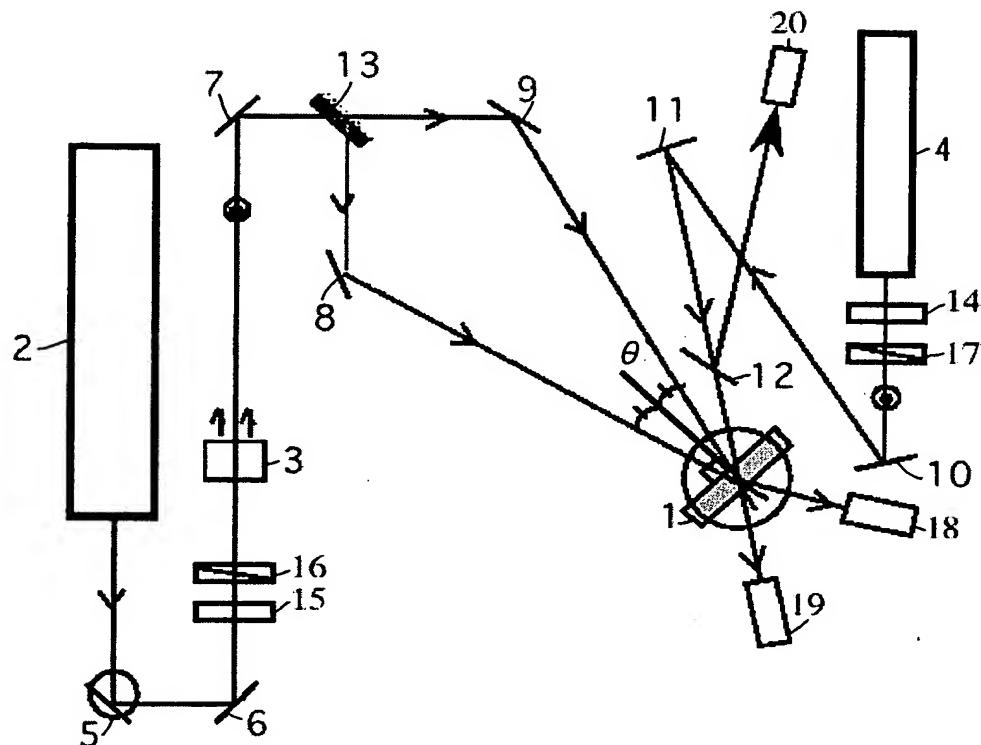
【図4】実施例5における体積位相型ホログラム記録媒体の散乱損失の膜厚依存性を示すグラフである。

【符号の説明】

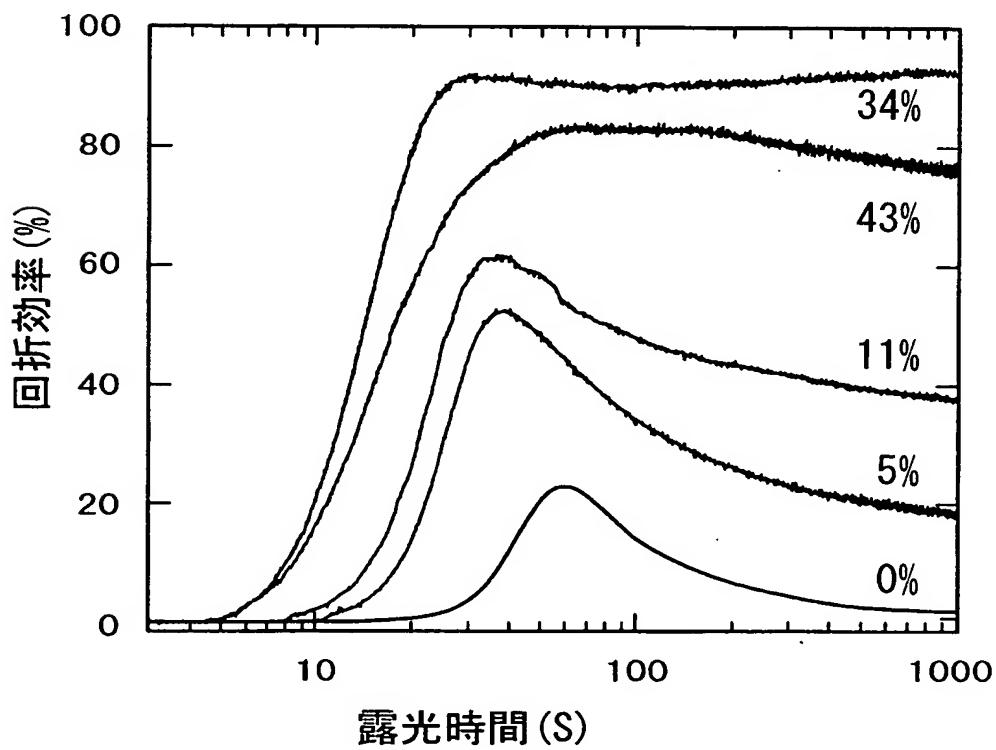
【0044】

- |               |                            |             |
|---------------|----------------------------|-------------|
| 1 ホログラム記録媒体   | 2 Nd:YVO <sub>4</sub> レーザー | 3 ビームエキスパンダ |
| 4 He-Ne レーザー  | 5, 6, 8, 9, 10, 11 ミラー     |             |
| 12 ビームサンプラー   | 13 ハーフミラー                  | 14, 15 半波長板 |
| 16, 17 偏光プリズム | 18, 19, 20 光検出器            |             |

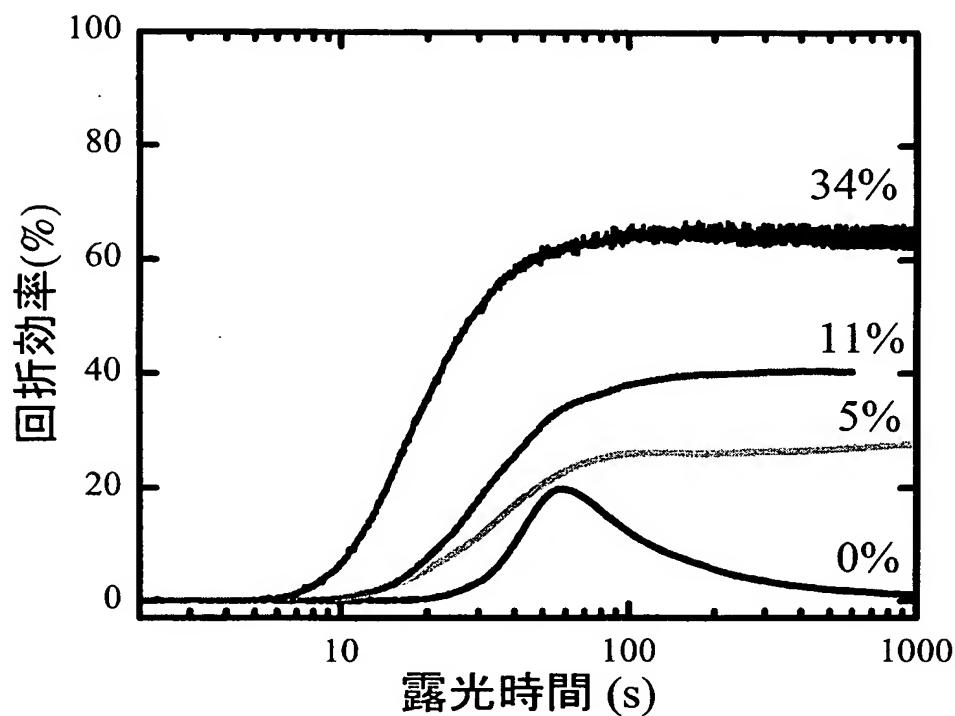
【書類名】 図面  
【図 1】



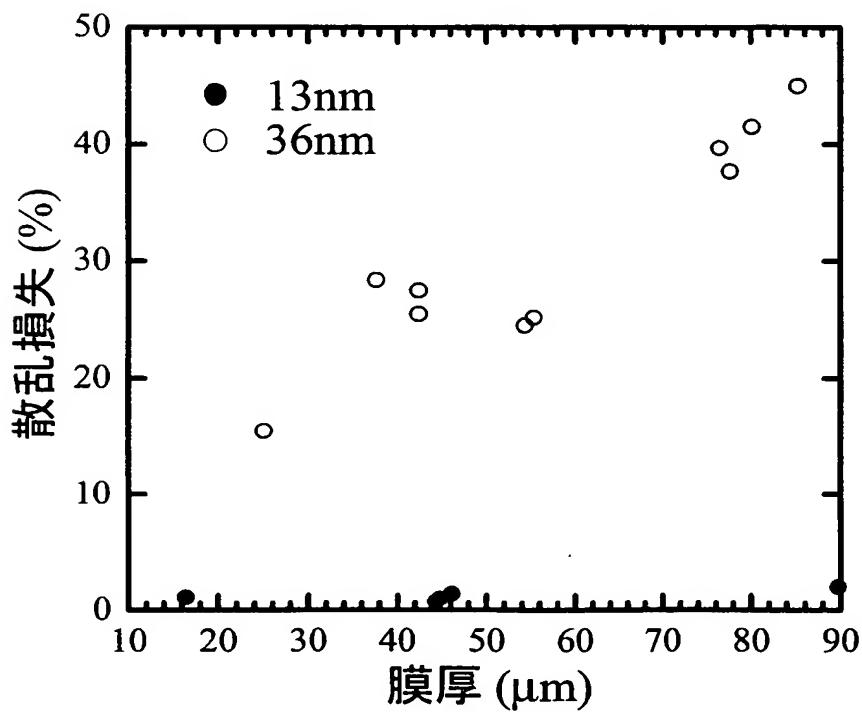
【図 2】



【図3】



【図4】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 コロイダルシリカ粒子を重合性モノマーに分散した低光分散損失で、高回折効率を有する体積位相型ホログラム記録材料組成物を提供する。

【解決手段】 干渉縞のような光の明暗の強度分布を屈折率の変化として記録するのに使用される体積位相型ホログラム記録材料組成物において、(a) 重合可能な官能基を1以上有する化合物(重合性モノマー)、(b) 光重合開始剤、及び(c) コロイダルシリカ粒子を含むことを特徴とするホログラム記録材料組成物。

【選択図】 なし

特願 2003-335493

出願人履歴情報

識別番号 [000003986]

1. 変更年月日 1990年 8月29日

[変更理由] 新規登録

住所 東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1  
氏名 日産化学工業株式会社

特願 2003-335493

出願人履歴情報

識別番号 [503352305]

1. 変更年月日 2003年 9月26日

[変更理由] 新規登録

住所 神奈川県横浜市都筑区荏田南3丁目31番9号  
氏名 富田 康生